

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-200525  
 (43)Date of publication of application : 06.08.1996

(51)Int.Cl. F16K 7/14  
 H01L 21/02

(21)Application number : 07-013242

(71)Applicant : HITACHI METALS LTD  
 RINTETSUKU:KK

(22)Date of filing : 31.01.1995

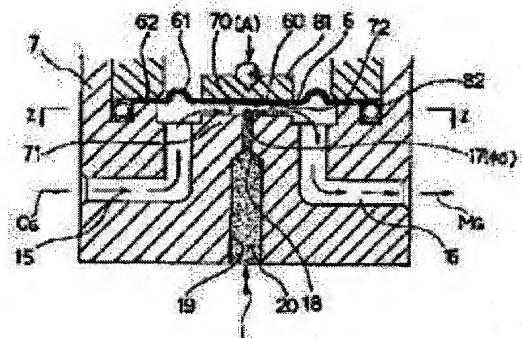
(72)Inventor : SAITO AKIRA  
 MATSUOKA TORU  
 ONO HIROFUMI

## (54) VALVE FOR EVAPORATOR OF LIQUID RAW MATERIAL

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To improve the evaporating efficiency and to improve the sealability to prevent the leakage by realizing the abutting and the separation by keeping the smooth seal surface of a diaphragm approximately parallel to the smooth seal surface of a valve seat through application and release of the load of a driving means.

**CONSTITUTION:** In a valve for a liquid raw material evaporator, a liquid raw material discharge port 17 is provided on a metallic valve seat part 71 which is sufficiently large for the diameter and of mirror smooth sealing surface 70. A metallic thin diaphragm 6 which is larger than the smooth sealing surface 70 of the valve seat part 71, provided with a mirror smooth sealing surface 60 to realize the direct abutting and the separation to this smooth sealing surface 70 at the center and an elastic deformation part 61 on the outer side thereof, and provided with the peripheral edge part being sealed and held is arranged opposite to the valve seat part 71. Abutting and separation are realized by keeping the smooth seal surface 60 of the diaphragm 6 approximately parallel to the smooth sealing surface of the valve seat part 71 through the application and release of the load of a driving means.



**\* NOTICES \***

JP0 and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.

3.In the drawings, any words are not translated.

---

**CLAIMS**

---

**[Claim(s)]**

[Claim 1]In a valve for liquid material vaporizers which has a liquid material outflow path, a carrier gas inflow way, a mixed gas outflow path, diaphragm that opens and closes an exposure port which exists at a tip of said liquid material outflow path, and a driving means of this diaphragm, Said liquid material exposure port is established in a smooth sealing surface of a mirror plane, and the made metal valve seat parts widely enough to the path, A smooth sealing surface of a mirror plane which is larger than a smooth sealing surface of said valve seat, and carries out direct contact and alienation to this smooth sealing surface in the center section. Have an elastic deformation part on the outside, respectively, and a peripheral edge part carries out the placed opposite of the metal thin plate diaphragm which comes to carry out seal fastening to said valve seat part, A valve for liquid material vaporizers a smooth sealing surface of diaphragm maintaining abbreviated parallel to a smooth sealing surface of said valve seat, and carrying out contact and alienation by impression and release of load of said driving means.

[Claim 2]The valve for liquid material vaporizers according to claim 1 characterized by making area A of said smooth sealing surface into  $4.0 - 8.0\text{mm}^2$  when the caliber d of said liquid material exposure port is 0.2–3.0 mm.

[Claim 3]The valve for liquid material vaporizers according to claim 1 or 2 forming liquid pool \*\*\*\*\* of a major diameter in the lower part of said liquid material exposure port rather than this exposure port.

[Claim 4]The valve for liquid material vaporizers according to claim 1 to 3, wherein said valve seat part is formed in a valve body and a different body.

[Claim 5]The valve for liquid material vaporizers according to claim 1 to 4, wherein said driving means is the actuator which used a laminated piezoelectric element object.

[Claim 6]The valve for liquid material vaporizers according to claim 1 to 4, wherein said driving means is the actuator which used an air pressure cylinder.

[Claim 7]The valve for liquid material vaporizers according to claim 1 to 4, wherein said driving means is the actuator which used a solenoid.

---

**[Translation done.]**

**\* NOTICES \***

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

**DETAILED DESCRIPTION**

---

**[Detailed Description of the Invention]****[0001]**

[Industrial Application] This invention carries out control of flow of the liquid material in the CVD process of semiconductor manufacture, etc., and relates to improvement of the valve for vaporizers used especially for this about the vaporizer for liquid materials evaporates this as it is and it enabled it to supply to a CVD reaction furnace etc.

**[0002]**

[Description of the Prior Art] Conventionally, there is an evaporation feed unit for liquid materials (henceforth a vaporizer) indicated by JP,H3-183779,A or JP,H4-14114,A. The sensor tube 1 with which this vaporizer consists of composition shown in drawing 5 and drawing 6, and that outline measures the mass flow rate of the liquid material which flows through an inside, The by-path pipe 2 which poured the liquid material proportional to the liquid material which flows through the inside of the sensor tube 1, and was formed perpendicularly, It consists of the flow control valve 4 provided in the merging passage 13 where the bypass opening and closing valve 3 provided in the exit passage 12 of the by-path pipe 2, and the exit passage 12 of the by-path pipe 2 and the exit passage 11 of the sensor tube 1 join, and the opening and closing valve 5 for vaporizers which opens and closes the liquid exposure port 14 which continues from the flow control valve 4. The vaporizing chamber 51 which sprays carrier gas CG and makes the liquid material exposed so that this opening and closing valve 5 for vaporizers may ooze from said fluid exposure port 14 evaporate, It has the metallic diaphragm 50 which opens and closes the liquid exposure port 14 for the carrier gas inflow way 15 which blows carrier gas, such as N<sub>2</sub>, and the mixed gas outflow path 16 into which mixed gas MG with which the evaporated material gas and carrier gas were mixed is made to flow again, and its opening-and-closing actuator 52.

[0003] Therefore, if the liquid material L is supplied to this vaporizer, the mass flow rate of "1" will flow into the sensor tube 1, and one times the mass flow rate of that "N" will flow into the by-path pipe 2. The liquid material L used as "N+1" twice is adjusted by the flow control valve 4 so that it may become predetermined flow L' by the control circuit which is not illustrated. Then, in liquid material L' of this specified quantity, from an exposure port, in very small quantities, every, it is made to expose continuously, and the carrier gas heated to this is sprayed, the evaporation evaporation of all the raw materials of the specified quantity is carried out, and mixed gas MG of prescribed concentration is supplied to a reactor.

**[0004]**

[Problem to be solved by the invention] By the way, as for the above-mentioned opening and closing valve for vaporizers, itself is used in the state of the constant temperature which heated the circumference to the 150-200 degreeC grade again so that it may be easy to evaporate liquid material L'. When it is conventionally called an opening and closing valve in this field, there is a metal diaphragm valve (refer to JP,4-54104,B). Since there are restrictions of the temperature described above although it was desirable also here since the metal diaphragm valve did not have a problem of particle or a DETTO space, a sealing nature good resin sheet type cannot be used. And since it is the structure which forces the surface of a sphere of a partial spherical shell on the valve seat, a sheet surface is not stabilized, but there is a problem that the

sealing nature at the time of a deadline is bad.

[0005]The metallic diaphragm used for such an opening and closing valve on the other hand is giving self restoring force which returns by self stability by considering it as what is called partial spherical shell form that swelled a little up. Therefore, as shown in drawing 6, while evaporation of a liquid material is advancing, diaphragm is held in the state where it swelled above the liquid exposure port 14. The space of the evaporation control room 51 (gap part which the exposure port neighborhood and diaphragm specifically make) becomes as a result, less constant. Namely, by the entrainment mouth 51I of carrier gas CG, after 1 \*\*\*\* \*\*\*, it expands suddenly, and blows in into the liquid exposure port 14 neighborhood, and a liquid material is evaporated with the failure of pressure at this time. However, since it can face across space near 51O after that again, it may contract here and a reliquefaction may be carried out. Thus, since the space of the evaporation control room 51 changes, flow change is caused, and this serves as change of furnace inversion stress and pressure, and appears. Such flows and pressure fluctuation have the problem of having an adverse effect on semiconductor membrane formation.

[0006]Solve such a problem, and vaporizing efficiency improves, and an object of this invention is also sealing-device seal performance to provide the good valve for liquid material vaporizers.

[0007]

[Means for solving problem]In the valve for liquid material vaporizers characterized by comprising the following, this invention said liquid material exposure port, It provides in the smooth sealing surface of a mirror plane, and the made metal valve seat parts widely enough to the path, The smooth sealing surface of the mirror plane which is larger than the smooth sealing surface of said valve seat, and carries out direct contact and alienation to this smooth sealing surface in the center section. Have an elastic deformation part on the outside, respectively, and a peripheral edge part carries out the placed opposite of the metal thin plate diaphragm which comes to carry out seal fastening to said valve seat part, The valve for liquid material vaporizers which the smooth sealing surface of diaphragm maintains abbreviated parallel to the smooth sealing surface of said valve seat, and carries out contact and alienation by impression and release of the load of said driving means.

Liquid material outflow path.

Carrier gas inflow way.

Mixed gas outflow path.

The driving means of the diaphragm which opens and closes the exposure port which exists at the tip of said liquid material outflow path, and this diaphragm.

[0008]As for the area of said smooth sealing surface, when the caliber of a liquid material exposure port is 0.2–3.0 mm, it is desirable to consider it as 4.0 – 8.0mm<sup>2</sup>. An effect is for that the caliber of 0.3–2.0 mm is still more desirable for exposing a liquid material a minute amount and continuously, and the smooth sealing surface of the valve seat is larger than a caliber enough at this time to advance evaporation efficiently. However, when too large, since the area of a smooth sealing surface can obtain the result as which the field of seal performance may be sufficient by considering it as a 5.0 – 7.0mm<sup>2</sup> grade, it is desirable at that which needs higher sealing surface pressure (a driving means is enlarged). The mirror plane of 0.4 micron or less of Rmax(es) is preferred in the valve seat and diaphragm side, in the one where the smooth sealing surface of diaphragm is larger than the sealing surface of the valve seat, evaporation is stabilized, and the surface roughness of a smooth sealing surface has it. [desirable]

[0009]Since the valve seat can also be used as a valve body and a different body, the lower part of a liquid material exposure port is followed and forming of the liquid pool \*\*\*\*\* of a large caliber can be easily carried out to it rather than this exposure port in this case, it is convenient.

[0010]A driving means is good also as an air pressure cylinder type actuator which used the cylinder mechanism of the pneumatic pressure operation. Since the valve for vaporizers in this case is operated as what is called an opening and closing valve only with two positions of clausilium or valve opening, it needs to counter before an exposure port channel and to provide

the flow control valve which performs control of flow of a liquid material other than this opening and closing valve. On the other hand, it is possible for it to be good also as an electrostrictive actuator using a lamination type piezoelectric element object, and to carry out minute displacement of the piezoelectric device in this case, and to make a driving means combination as a flow control valve, since controllability is good. A driving means can also be made into the solenoid actuator using a solenoid.

[0011]Metal diaphragm carries out integral moulding of the elastic deformation parts, such as a semicircle ring and a waveform, outside on it, and is making self-elastic restoring force give using the high elasticity and the high-corrosion-resistance material which consist of a Co base alloy or a nickel-Co alloy in itself.

[0012]

[Function]First, at the time of valve opening, if the smooth sealing surface of diaphragm maintains and estranges an almost parallel side to the smooth sealing surface of the valve seat, the evaporation control room space of constant width will be formed. this space -- a liquid material exposure port -- fine amount blot \*\*\*\* -- a liquid material is [ like ] exposed. On the other hand, carrier gas flows into an evaporation control room, since a liquid material is contacted and sprayed, evaporation evaporation is carried out, and mixed-gas-izes, and is carried away to a tap hole. the failure of pressure at this time -- simultaneously -- one after another -- a liquid material -- a very small quantity -- every -- and it exposes continuously, and evaporation evaporation is carried out and this evaporation supply operation is repeated. Here, it spreads widely at a smooth flat surface, evaporation evaporation takes place one after another, and the liquid material in which the smooth sealing surface by the side of the valve seat oozed on the field since the smooth field large enough had extended to the liquid material exposure port of a minute diameter can be attained 100%. And the evaporation control room space at this time is the fixed space where an up-and-down flat surface counters, and since the direction of the diaphragm flat surface has moreover extended more widely than a valve seat flat surface, the pressure variation of carrier gas expanding or contracting does not happen easily. Evaporation more stable than the above thing is promoted and vaporizing efficiency improves.

[0013]Although a liquid material exposure port is micropore, since it forms the \*\*\*\*\* hole portion of a major diameter in that lower part comparatively, 1 \*\*\*\*\* can \*\*\* in this barrier portion that became in a completely different class, it can be useful for calming, such as foaming and dissolution of internal porosity, and every per-continuum exposure of a fixed quantity of liquid materials can be carried out after that.

[0014]On the other hand, at the time of clausilium, since the metallic diaphragm has an elastic deformation part, the smooth sealing surface of a center section maintains parallel, it moves in it, and in contact with the smooth sealing surface of the valve seat, a press seal is carried out as it is. These smooth sealing surfaces are made with a mirror plane, and since it is stuck, good sealing-device performance is obtained. The area of the smooth sealing surface of the valve seat becomes possible [ obtaining the more stable seal performance ] by selecting a range which is convenient also in respect of seal performance, without spoiling the advantage of the above-mentioned vaporizing efficiency.

[0015]I hear that the smooth sealing surface by the side of the valve seat and diaphragm maintains a parallel flat surface, and can move, and there is an advantage of being easy to carry out control of flow. Since the feedback control of the displacement control of micron order can be carried out from the feature that generative force is large although the laminated piezoelectric element object of displacement is small if it is an actuator especially using a laminated piezoelectric element object, a flow rate sensor is interlocked with and flow regulation is possible. On the other hand, since generative force is large, it closes, and the thrust at the time increases, and sealing nature becomes good. An opening and closing valve and a flow control valve can be made to serve a double purpose by the above, and it can carry out simple [ of the entire structure ].

[0016]

[Working example]Hereafter, the embodiment of this invention is described with reference to Drawings. Drawing 1 is an important section sectional view showing one embodiment of the valve

for liquid material vaporizers of this invention, and drawing 2 is a Z-Z sectional view of drawing 1. The carrier gas inflow way 15 which the valve body 7 of drawing 1 has composition of a three-way-type mixing valve, and introduces reactant gas, such as carrier gas CG, such as helium, and/or O<sub>2</sub>, The mixed gas outflow path 16 which serves as mixed gas MG which a liquid material, carrier gas, and reactant gas gasified and mixed, and flows out, and the liquid material outflow path 20 which liquid materials, such as TEOS, flow and flows out are formed. Here, the liquid material outflow path 20 is formed via the tapered shape barrier 18 from the upside exposure port 17 and this exposure port 17, and consists of the \*\*\*\*\* hole 19 of a reliance major diameter. Integral moulding of the valve seat 71 is carried out to the center section of the valve body 7, and the above-mentioned liquid material exposure port 17 is carrying out the opening to this central part. The smooth sealing surface 70 by which mirror finish was carried out to about 0.4 micron of Rmax(es) had an area larger enough than the exposure port 17, and the upper surface of the valve seat 71 has spread. For example, the smooth sealing surface product A is about 6 mm<sup>2</sup> to the diameter of an exposure port of phid0.3 mm.

[0017]The metal diaphragm 6 is sheet metal disc-like [ which consists of high elasticity (more than elastic limit 160Kgf/mm<sup>2</sup>) high-corrosion-resistance material, such as a Co base alloy or nickel-Co base alloy, ].

Integral moulding of the elastic deformation part 61 semicircle annular in the bigger smooth sealing surface 60 in the center section than the smooth sealing surface 70 by the side of the above-mentioned valve seat is carried out to the periphery side, attaching and fixing of the peripheral edge part 62 is carried out in seal to a valve body, and, therefore, the placed opposite is carried out with the almost parallel flat surface to the smooth sealing surface 70 by the side of the valve seat.

The mirror finish of about 0.4 micron of Rmax(es) is made like the valve seat side, and what mountain shape and a waveform may be sufficient as the form of the elastic deformation part 61, and gathered may be sufficient as the smooth sealing surface 60. Diaphragm may use what was piled up two or more sheets. 81 presses diaphragm in response to the power from an upside driving means via a sphere by diaphragm presser foot. 82 is sealing seal components, such as a golden ring.

[0018]Next, the operation of this valve is explained. What is necessary is to replace with, attach and use the valve for vaporizers of this invention for the opening and closing valve 5 of drawing 5 mentioned above, and just to consider it to be 1 component parts of a vaporizer. However, a carburetor body is not limited to what is shown in drawing 5, and since it is not directly related to this invention, explanation is omitted.

[0019]If the liquid material L goes up through the liquid material outflow path 20 first, since a channel is rapidly narrowed in the barrier 18 intermediate portion, it \*\*\*\*s by 1 \*\*\*\*\*. It remains in this barrier portion, only a liquid material is exposed from the exposure port 17, and internal air bubbles ooze and spread on the smooth sealing surface 70 which constitutes the evaporation control room 72. The reactant gas mixed in the heated carrier gas or this if needed at this time flows in the evaporation control room 72, and since a liquid material is contacted and sprayed, a liquid carries out evaporation evaporation, with this, it mixes mutually, and it serves as mixed gas MG, and flows out and goes to the outflow path 16. Since the failure of pressure and the evaporation evaporation phenomenon by a carrier gas entrainment happen almost simultaneous hereafter, a liquid material oozes on every [ a minute amount ] and a continuation target, spreads on the smooth sealing surface 70, and repeats evaporation evaporation. Since carrier gas is heated and the atmosphere of the circumference of a valve is also in a heated state, help the very thing [ this ] evaporation, but. Since the smooth sealing surface 70 spreads out greatly enough to the exposure port 17, as shown a liquid material in drawing 2 from the exposure port 17, even if it exposes in all directions, it spreads among smooth sealing surface Kami, and evaporation evaporation is promoted continuously and promptly. Furthermore, since the evaporation control room 72 is surrounded in the parallel smooth sealing surfaces 60 and 70, it serves as fixed space, since there is no change of expansion or contraction in the flow of carrier gas, also has neither a flow nor pressure fluctuation, and can supply mixed gas stably.

[0020]When stopping evaporation, in response to the power from a driving means, the diaphragm 6 is moved to the valve seat 71 side at the time of clausium. At this time, the smooth sealing surface 70 of the valve seat and the smooth sealing surface 60 of diaphragm maintain a parallel flat surface, the last sticks, parallel translation of the diaphragm is carried out and a seal is carried out [ it is kept shut and ] by the elastic elongation of the elastic deformation part 61.

[0021]Drawing 3 is an important section sectional view showing other embodiments of this invention. Identical codes are given to the composition which makes work equivalent to the above-mentioned embodiment. Let this example be open or the closed-operated opening and closing valve 80, using the pneumatics cylinder actuator 8 as a driving means. The flow control means of a liquid material provides independently nothing, a flow control valve, and an evaporation opening and closing valve, respectively so that the flow control valve 40 which carried out the placed opposite to the liquid material mouth outflow path 20 may perform. The operation of the pneumatics cylinder actuator 8 introduces into the cylinder chamber 84 the pneumatic pressure which flowed from the airport 83 from the valve closing condition as shown in a figure, resists the power of the spring 85, and raises the piston 86, and the stem 87 also raises it simultaneously. Then, according to self elastic restoring force, the metallic diaphragm 63 will go up with the diaphragm presser foot 81, and will be in an open state. Since it is the same as that of the example described above about the subsequent evaporation phenomenon, it omits, but the liquid material L flows between material flow Deji 20 and the metallic diaphragm 64 from the feed port which is not illustrated, and it is merely sent out, being beforehand controlled by the flow control valve 40 arranged at the end by specified flow rate L'. The elongation and generative force of a layered product change with the voltage which the flow control valve 40 is a thing using the laminated piezoelectric element object 41, and impresses a piezoelectric device. The valve rod 42 is made to move up and down, this is interlocked with, the movement magnitude of the metallic diaphragm 64 is adjusted, and the flow is controlled by generative force at this time.

[0022]The metallic diaphragm 64 may use the same thing as the metallic diaphragm 6 by the side of the opening and closing valve 80. For example, the cobalt base alloy which consists of 13 to 18% of nickel, 18 to 23% of Cr, 5 to 9% of Mo, 38 to 44% of Co, the remainder Fe, and an impurity by weight %, The nickel cobalt alloy etc. which consist of impurities, such as C 0.03 etc.% or less, in 30 to 35% of nickel, 17 to 23% of Cr, 8 to 12% of Mo, and 0.1 to 3% of the remainders Co and Nb are raised.

[0023]Next, valve closing operation drops the piston 86 and the stem 87 according to spring action, and via the diaphragm presser foot 81, the metallic diaphragm 63 is forced on the smooth sealing surface of the valve seat 73, and is closed, and it is made to carry out a seal by discharging pneumatic pressure from the airport 83. In the valve body 79, the valve seat 73 is formed in a different body, and is attached to a main body opening by an attachment means etc. here. By considering it as a different body, processing of the exposure port 74 which is a minute bore hole becomes easy, and becomes advantageous also in respect of management of change of an aperture, common-parts-izing, etc.

[0024]Drawing 4 shows the embodiment of further others of this invention, and is taken as the actuator 9 using the laminated piezoelectric element object as a driving means. Identical codes are attached about the composition which makes work equivalent to the above-mentioned embodiment. in this example, the function of the opening and closing valve 80 and the flow control valve 40 of an example above-mentioned, for example was made to serve a double purpose by using the lamination electrostrictive actuator 9 — it can take valve 90. First, a figure shows an opened state and the operation of the lamination electrostrictive actuator 9 shows the time of voltage impressing. Therefore, with the power of the spring 95, the valve rod 97 placed enabling free up-and-down motion is pushed caudad, forces the metallic diaphragm 65 on the valve seat 71 via a ball and the diaphragm presser foot 81, and usually makes it the valve closing condition. In the inside of a valve rod, the lower end side is laid on the bridge member 92 via a ball etc., and, as for the upper bed side, the laminated piezoelectric element object 91 is stopped by the adjusting-screw component 93. It extends and penetrates in the direction which counters space, and the bridge member 92 is being placed and fixed on the holdown member 94.

Therefore, if voltage is impressed to the piezoelectric-device object 91, an element will be elongated, but since the lower part side is restrained by the above-mentioned bridge member 92, the load for stretching is changed into the power which resists the power of the spring 95 and is pulled up with the valve rod 97. If it does like this and the valve rod 97 goes up, this will be followed, this will also move up according to the restoration elastic force of self of the metallic diaphragm 65, and it will be in an open state as shown in a figure.

[0025] Flow regulation is carried out by adjusting the impressed electromotive force to a piezoelectric-device object by extending the element 91 and controlling \*\* and by extension, the movement magnitude of the valve rod 97. Since it is the same as that of the embodiment mentioned above about the evaporation process, omit explanation, but. The fine amount control of flow which connected with the flow rate sensor by the side of a vaporizer with using a lamination electrostrictive actuator like this example, and carried out feedback control becomes possible, since generative force is also large, a good thing is obtained and the deadline seal performance as an opening and closing valve also has an effect in the simplification of structure, etc.

[0026]

[Effect of the Invention] By this invention, the smooth sealing surface large enough was established to the caliber of a liquid material exposure port as mentioned above.

Therefore, a liquid material can evaporate completely promptly.

Since evaporation control room space considered it as the fixed space regulated at the up-and-down flat surface, evaporation is promoted stably from beginning to end, and neither a flow rate change nor pressure fluctuation happens. Therefore, vaporizing efficiency improved. Since the smooth sealing surfaces which carried out mirror finish maintained, they were pressed and stuck parallel, it became good [ sealing-device seal performance ]. Vaporizing efficiency improved by the above and the valve for liquid material vaporizers also with sufficient sealing-device seal performance was able to be provided.

---

[Translation done.]

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平8-200525

(43)公開日 平成8年(1996)8月6日

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>

F 16 K 7/14  
H 01 L 21/02

識別記号

序内整理番号

F I

技術表示箇所

Z  
Z

審査請求 未請求 請求項の数7 OL (全7頁)

(21)出願番号

特願平7-13242

(22)出願日

平成7年(1995)1月31日

(71)出願人 000005083

日立金属株式会社

東京都千代田区丸の内2丁目1番2号

(71)出願人 390014409

株式会社リンテック

滋賀県野洲郡中主町大字乙宿字澤588番1

(72)発明者 斎藤 彰

三重県桑名市大福2番地日立金属株式会社

桑名工場内

(72)発明者 松岡 亨

三重県桑名市大福2番地日立金属株式会社

桑名工場内

(74)代理人 弁理士 大場 充

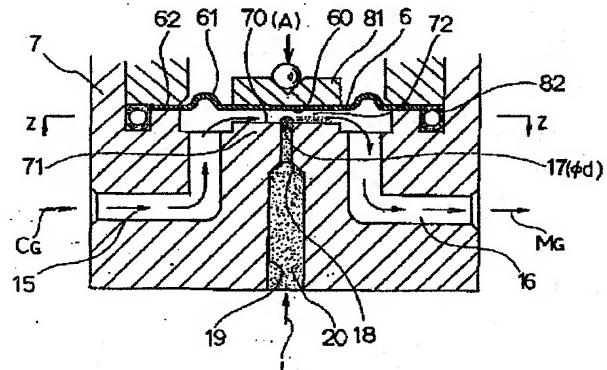
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 液体原料気化器用弁

(57)【要約】

【目的】 液体原料用気化供給装置に適した気化効率と漏れ止め性能を改善した気化用開閉弁を提供すること。

【構成】 液体原料流出口20と、キャリアガス流入路15と、混合ガス流出路16と、前記液体原料流出路の先端にある露出口17を開閉するダイヤフラムと、このダイヤフラムの駆動手段とを有する液体原料気化器用弁において、前記液体原料露出口17は、その径に対して充分に広く鏡面の平滑シール面70となした金属製弁座部71に設け、前記弁座の平滑シール面70よりも大きく、この平滑シール面70に対し直接当接と離間をする鏡面の平滑シール面60を中央部に、その外側に弾性変形部61をそれぞれ有し、周縁部62が密封挿着されてなる金属製薄板ダイヤフラム6を前記弁座部に対向配置し、前記駆動手段の負荷の印加と解除によって前記弁座の平滑シール面70に対してダイヤフラムの平滑シール面60が略平行を保って当接と離間をする液体原料気化器用弁である。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 液体原料流出路と、キャリアガス流入路と、混合ガス流出路と、前記液体原料流出路の先端にある露出口を開閉するダイヤフラムと、このダイヤフラムの駆動手段とを有する液体原料気化器用弁において、前記液体原料露出口は、その径に対して充分に広く鏡面の平滑シール面となした金属製弁座部に設け、前記弁座の平滑シール面よりも大きく、この平滑シール面に対し直接当接と離間をする鏡面の平滑シール面を中心部に、その外側に弾性変形部をそれぞれ有し、周縁部が密封接着されてなる金属製薄板ダイヤフラムを前記弁座部に對向配置し、前記駆動手段の負荷の印加と解除によって前記弁座の平滑シール面に対してダイヤフラムの平滑シール面が略平行を保って当接と離間をすることを特徴とする液体原料気化器用弁。

【請求項2】 前記液体原料露出口の口径dを0.2~3.0mmとしたとき、前記平滑シール面の面積Aを4.0~8.0mm<sup>2</sup>としたことを特徴とする請求項1記載の液体原料気化器用弁。

【請求項3】 前記液体原料露出口の下部にこの露出口よりも大径の液溜り孔部を形成したことを特徴とする請求項1または2記載の液体原料気化器用弁。

【請求項4】 前記弁座部は弁本体と別体に形成されていることを特徴とする請求項1乃至3記載の液体原料気化器用弁。

【請求項5】 前記駆動手段は積層圧電素子体を用いたアクチュエータであることを特徴とする請求項1乃至4記載の液体原料気化器用弁。

【請求項6】 前記駆動手段は空圧シリンダを用いたアクチュエータであることを特徴とする請求項1乃至4記載の液体原料気化器用弁。

【請求項7】 前記駆動手段はソレノイドを用いたアクチュエータであることを特徴とする請求項1乃至4記載の液体原料気化器用弁。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、半導体製造のCVDプロセス等において液体原料を流量制御し、これをそのまま気化してCVD反応炉などに供給できるようにした液体原料用気化器に関し、特にこれに用いる気化器用弁の改良に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 従来、特開平3-183779号公報や特開平4-14114号公報で開示された液体原料用気化供給装置（以下気化器という。）がある。この気化器は図5及び図6に示す構成からなっており、その概略は内部を流れる液体原料の質量流量を測定するセンサ管1と、センサ管1内を流れる液体原料に比例した液体原料を流し垂直方向に設けられたバイパス管2と、バイパス管2の出口通路12に設けられたバイパス開閉弁3と、バイパス管2

の出口通路12とセンサ管1の出口通路11とが合流する合流通路13に設けられた流量制御弁4と、流量制御弁4から続く液体露出口14を開閉する気化器用開閉弁5とからなっている。またこの気化器用開閉弁5は、前記流体露出口14から滲み出るよう露出する液体原料をキャリアガスCGを吹き付けて気化させる気化室51と、N<sub>2</sub>などのキャリアガスを吹き込むキャリアガス流入路15と、気化した原料ガスとキャリアガスが混じった混合ガスMGを流出させる混合ガス流出路16を、また液体露出口14を開閉する金属ダイヤフラム50とその開閉駆動部52とを備えている。

【0003】 従って、液体原料Lがこの気化器に供給されると「1」の質量流量がセンサ管1に流れ、その「N」倍の質量流量がバイパス管2に流れる。「N+1」倍となった液体原料Lは図示せぬ制御回路によって所定の流量L'になるように流量制御弁4で調節される。その後、この所定量の液体原料L'を露出口から微量ずつ連続して露出させると共に、これに加熱したキャリアガスを吹き付けて所定量の原料を全て蒸発気化させて、所定濃度の混合ガスMGを反応炉に供給するというものである。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】 ところで上記気化器用開閉弁は液体原料L'が気化しやすいようにそれ自身を、またその周辺を150~200°C程度まで加熱した恒温状態で使用する。従来、この分野で開閉弁といふとメタルダイヤフラム弁（特公平4-54104号参照）がある。メタルダイヤフラム弁はパーティクルやデットスペースの問題がないので、ここでも望ましいものであるが上記した温度の制約があるのでシール性の良い樹脂シートタイプを使うことができない。しかも部分球殻の球面を弁座に押し付ける構造なのでシート面が安定せず、締め切り時のシール性が悪いという問題がある。

【0005】 一方、このような開閉弁に用いられる金属ダイヤフラムは上方に若干ふくらんだ所謂部分球殻形状とすることによって自己の復元力で元に戻るような自己復元力をもたせている。従って、図6に示すように液体原料の気化が進行しているとき、ダイヤフラムは液体露出口14の上方にふくらんだ状態で保持される。その結果、気化制御室51（具体的には露出口辺りとダイヤフラムが作る隙間部分）の空間が一定なものでなくなる。即ちキャリアガスCGの吹き込み口51Iで一担挿められた後、急に膨張すると共に液体露出口14付近に吹き込み、このとき液体原料は圧力低下と共に気化する。しかし、その後また51O付近で空間が挿められるのでここで収縮して再液化する可能性がある。このように気化制御室51の空間が変化するから、流動変動を起しこれが炉内反応圧力の変動となって現れる。これらの流量や圧力変動は半導体成膜に悪影響を与えるという問題がある。

【0006】 本発明は、このような問題を解決するもの

で気化効率が向上すると共に漏れ止めシール性能も良い液体原料気化器用弁を提供することを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明は、液体原料流出路と、キャリアガス流入路と、混合ガス流出路と、前記液体原料流出路の先端にある露出口を開閉するダイヤフラムと、このダイヤフラムの駆動手段とを有する液体原料気化器用弁において、前記液体原料露出口は、その径に対して充分に広く鏡面の平滑シール面となした金属製弁座部に設け、前記弁座の平滑シール面よりも大きく、この平滑シール面に対し直接当接と離間をする鏡面の平滑シール面を中央部に、その外側に弾性変形部をそれぞれ有し、周縁部が密封挿着されてなる金属製薄板ダイヤフラムを前記弁座部に對向配置し、前記駆動手段の負荷の印加と解除によって前記弁座の平滑シール面に対してダイヤフラムの平滑シール面が略平行を保つて当接と離間をする液体原料気化器用弁である。

【0008】また、液体原料露出口の口径を0.2~3.0mmとしたとき、前記平滑シール面の面積は4.0~8.0mm<sup>2</sup>とすることが望ましい。液体原料を微量かつ連続的に露出させるには口径0.3~2.0mmがさらに望ましく、このとき弁座の平滑シール面は口径よりも十分広いことが気化を効率的に進行させるのに効果がある。しかし広すぎるとより高いシール面圧を必要とする（駆動手段が大型化する）ので平滑シール面の面積は5.0~7.0mm<sup>2</sup>程度することによってシール性能の面でも良い結果を得られるので望ましい。平滑シール面の表面あらさは、弁座側とダイヤフラム側と共にRmax0.4ミクロン以下の鏡面が好ましく、ダイヤフラムの平滑シール面の方が弁座のシール面より大きい方が気化が安定して望ましい。

【0009】また、弁座を弁本体と別体とすることもでき、この場合液体原料露出口の下部にこの露出口よりも大口径の液溜り孔部を連続して容易に加工形成できるので都合が良い。

【0010】また、駆動手段は空気圧作動のシリンダ機構を用いた空圧シリンダ型アクチュエータとしても良い。この場合の気化器用弁は、閉弁か開弁かの二位置しかもたない所謂開閉弁として機能せるものであるから、この開閉弁の他に液体原料の流量制御を行う流量制御弁を露出口流路の手前に対向して設けることが必要である。一方、駆動手段を積層型圧電素子体を用いた圧電アクチュエータとしても良く、この場合圧電素子は微小変位して、かつ制御性が良いので流量制御弁として兼用にすることが可能である。さらに、駆動手段をソレノイドを用いたソレノイドアクチュエータとすることもできる。

【0011】また、金属製ダイヤフラムは、それ自身C o基合金またはNi-C o合金からなる高弾性、高耐食性材を用い、その上で外側に半円環や波形などの弾性変形部を一体成形して自己弹性復元力を付与させている。

【0012】

【作用】先ず開弁時、ダイヤフラムの平滑シール面が弁座の平滑シール面に対して略平行面を保つて離間すると一定幅の気化制御室空間を形成する。この空間に液体原料露出口より微小量滲み出るように液体原料が露出する。一方でキャリアガスは気化制御室に流入し、液体原料に接触し吹き付けるから蒸発気化して混合ガス化し流出口へ運び去られる。このときの圧力低下と同時に次々に液体原料が微量ずつ連続的に露出して蒸発気化され、この気化供給作用が繰り返される。ここで、弁座側の平滑シール面は、微小径の液体原料露出口に対して十分に広く平滑な面が延びているので、面上に滲み出た液体原料は、平滑平面に広く拡がって次々に蒸発気化が起り100%達成できる。そして、このときの気化制御室空間は上下平面が対向する一定空間で、しかもダイヤフラム平面の方が弁座平面より広く延びていることから、キャリアガスが膨張したり収縮したりという圧力変化が起りにくい。以上のことより安定的な気化が促進され気化効率が向上する。

【0013】また、液体原料露出口は微小孔であるがその下部に比較的大径の液溜り孔部分を形成しているので、この段違った障壁部分で一担液体原料は停留し、泡立ちや内部気泡の解消など沈静化に役立ち、その後液体原料を一定量ずつ連続的に露出させることができている。

【0014】一方閉弁時、金属ダイヤフラムは弾性変形部を有しているから中央部の平滑シール面は平行を保つて移動し、そのまま弁座の平滑シール面に当接し押圧シールされる。これらの平滑シール面は鏡面となされ、かつ密着されるから良好な漏れ止め性能が得られる。尚、弁座の平滑シール面の面積は、上記した気化効率の利点を損なうことなく、シール性能の面でも支障がないような範囲を選定することによってより安定したシール性能を得ることが可能となる。

【0015】さらに、弁座側とダイヤフラム側の平滑シール面が平行平面を保つて移動できるということで、流量制御がしやすいという利点がある。特に積層型圧電素子体を用いたアクチュエータとすると、積層型圧電素子体は変位は小さいが発生力は大きいという特長から、ミクロノンオーダーの変位制御がフィードバック制御できるので、流量センサーと連動して流量調節ができる。一方発生力が大きいので締切り時の押圧力が増しシール性が良くなる。以上により開閉弁と流量制御弁を兼用し、全体構造を簡略することができる。

【0016】

【実施例】以下、本発明の実施例を図面を参照して説明する。図1は、本発明の液体原料気化器用弁の一実施例を示す要部断面図で、図2は図1のZ-Z断面図である。図1の弁本体7は三方混合弁の構成となっており、He等のキャリアガスCG及び/又はO<sub>2</sub>等の反応ガス

5

を導入するキャリアガス流入路15と、液体原料とキャリアガス、反応ガスがガス化して混合した混合ガスMGとなって流出する混合ガス流出路16と、T E O S等の液体原料が流れ流出する液体原料流出路20とが形成されている。ここで、液体原料流出路20は、上部の露出口17と、この露出口17からテーパ状の障壁18を介して形成したより大径の液溜り孔19とからなっている。弁本体7の中央部には弁座71が一体成形され、この中心部に上記液体原料露出口17が開口している。弁座71の上面はR max0.4ミクロン程度に鏡面仕上げされた平滑シール面70が露出口17よりも十分に広い面積を有して広がっている。例えば露出口径φd 0.3mmに対して平滑シール面積Aは約6mm<sup>2</sup>である。

【0017】金属製ダイヤフラム6は、Co基合金またはNi-Co基合金などの高弾性（弾性限160Kgf/mm<sup>2</sup>以上）高耐食性材からなる薄板円板状であり、その中央部に上記弁座側の平滑シール面70よりも大きな平滑シール面60が、その外周側に半円環状の弾性変形部61が一体成形され、周縁部62は弁本体に対し密封的に挿着固定され、よって弁座側の平滑シール面70に対して略平行平面をもって対向配置されている。平滑シール面60は弁座側と同様R max0.4ミクロン程度の鏡面仕上げがなされており、弾性変形部61の形状は山形や波形でもよく複数個集合したものでも良い。またダイヤフラムは複数枚重ねたものを用いても良い。81はダイヤフラム押えで球体を介して上部の駆動手段からの力を受けてダイヤフラムを押圧するようになっている。82は金リングなどの密封シール部材である。

【0018】次に、この弁の作動について説明する。本発明の気化器用弁は例えば上述した図5の開閉弁5に代えて取付け使用するもので、気化器の一構成部品と考えれば良い。しかし、気化器本体は図5に示すものに限定されるものではないし、直接本発明とは関係ないので説明は省略する。

【0019】先ず液体原料Lが液体原料流出路20を通り上昇すると、その途中の障壁18部分で流路は急激に狭められるから一担ここで停留し、内部の気泡などはこの障壁部分にとどまり、液体原料のみが露出口17から露出し、気化制御室72を構成する平滑シール面70上に滲み出て拡がる。この時、加熱されたキャリアガスやこれに必要に応じて混入した反応ガスが気化制御室72内に流入して液体原料に接触し、また吹き付けるから液体は蒸発気化し、これと共に互いに混合して混合ガスMGとなって流出路16へ流れ出て行く。以下、キャリアガス吹き込みによる圧力低下と蒸発気化現象がほぼ同時に起るから、液体原料は微量ずつ連続的に滲み出て平滑シール面70上に拡がって蒸発気化を繰り返す。キャリアガスは加熱されているし、弁回りの雰囲気も加熱状態にあるのでこれ自体気化を助けるが、平滑シール面70が露出口17に対して十分に大きく広がっているので、液体原料は露出

6

口17より図2に示すように四方八方に露出しても平滑シール面上に拡がり連続的かつ迅速に蒸発気化が促進される。さらに気化制御室72は、平行な平滑シール面60, 70で囲まれているから一定空間となりキャリアガスの流れに膨張や収縮の変化がないから流量や圧力変動もなくて安定的に混合ガスを供給することができる。

【0020】気化を止める時、即ち閉弁時は駆動手段からの力を受けてダイヤフラム6を弁座71側に移動させている。このとき弾性変形部61の弹性伸びによってダイヤフラムは平行移動し、最後は弁座の平滑シール面70とダイヤフラムの平滑シール面60が平行平面を保って密着して締め切りシールされる。

【0021】図3は本発明の他の実施例を示す要部断面図である。尚、上記実施例と同等の働きをなす構成には同一符号を付している。この例は駆動手段として空圧シリンダアクチュエータ8を用いて開または閉作動させる開閉弁80としたものである。液体原料の流量制御手段は液体原料口流出路20に対向配置した流量制御弁40によって行うようになり、流量制御弁と気化開閉弁をそれぞれ独立して設けたものである。空圧シリンダアクチュエータ8の作動は、図のような閉弁状態から空気口83より流入した空気圧をシリンダ室84に導入し、スプリング85の力に抗してピストン86を上昇させ同時にステム87も上昇させる。すると金属ダイヤフラム63は自己の弹性復元力によってダイヤフラム押え81と共に上昇し開弁状態となる。その後の気化現象については上記した例と同様であるので省略するが、ただ液体原料Lは図示せぬ導入口から原料流出路20と金属ダイヤフラム64との間に流入し、一端に配置した流量制御弁40によって予め所定流量L'に制御されながら送り出されるようになっている。流量制御弁40は例えば積層圧電素子41を利用したもので圧電素子は印加する電圧によって積層体の伸びと発生力が変化する。このときの発生力によって弁棒42を上下動せしめこれに運動して金属ダイヤフラム64の移動量を調節し、流量を制御している。

【0022】金属ダイヤフラム64は開閉弁80側の金属ダイヤフラム6と同様のものを用いてもよい。例えば重量%でNi 13~18%, Cr 18~23%, Mo 5~9%, Co 38~44%, 残部Feおよび不純物からなるコバルト基合金とか、Ni 30~35%, Cr 17~23%, Mo 8~12%, 残部CoおよびNb 0.1~3%, Co 0.03%以下などの不純物からなるニッケルコバルト合金等があげられる。

【0023】次に閉弁動作は、空気口83より空気圧を排出することによってピストン86並びにステム87をスプリング力によって下降させダイヤフラム押え81を介して金属ダイヤフラム63を弁座73の平滑シール面に押し付けて締め切りシールするようしている。ここで弁座73は弁本体79とは別体に設け、嵌着手段などにより本体開口部に取付けたものである。別体とすることによって微小径孔である露出口74の加工が容易になるし、孔径の変更や

共通部品化などの管理面でも有利となる。

【0024】図4は本発明の更に他の実施例を示し、駆動手段として積層圧電素子体を用いたアクチュエータ9としたものである。上記実施例と同等の働きをなす構成については同一符号を付す。この例では積層圧電アクチュエータ9を用いることによって、例えば上記した例の開閉弁80と流量制御弁40の機能を兼用した弁90することができる。積層圧電アクチュエータ9の作動は、先ず図は全開状態を示し電圧印加時を示している。従って、通常はスプリング95の力によって上下動自在に置かれた弁棒97は下方に押されボールとダイヤフラム押え81を介して金属ダイヤフラム65を弁座71に押し付け閉弁状態としている。積層圧電素子体91は弁棒内部において下端側はボール等を介してブリッジ部材92上に載置され、上端側は調節ねじ部材93によって係止されている。ブリッジ部材92は紙面に對向する方向に延びて貫通し固定部材94上に置かれ固定されている。従って、圧電素子体91に電圧を印加すると素子は伸長するが、下方側は上記ブリッジ部材92で拘束されているから、その伸長力はスプリング95の力に抗して弁棒97と共に上方に引き上げる力に変換される。こうやって弁棒97が上昇するとこれに追従して金属ダイヤフラム65の自己の復元弾性力によってこれも上方に移動し図のような開弁状態となる。

【0025】流量調節は圧電素子体への印加電圧を調節することによって素子91の伸び量ひいては弁棒97の移動量を制御することによって実施している。気化過程については上述してきた実施例と同様であるので説明は省略するが、本例のように積層圧電アクチュエータを用いることと気化器側の流量センサと連絡してフィードバック制御をした微小量流量制御が可能となるし、発生力も大きいので開閉弁としての締切りシール性能も良いものが得られる構造の簡素化などにも効果がある。

#### 【0026】

【発明の効果】以上のように本発明は、液体原料露出口の口径に対して十分に広く平滑なシール面を設けたので、液体原料が完全かつ迅速に気化することができる。また気化制御室空間が上下平面で規制された一定空間としたから、終始安定的に気化が促進され、流量変動や圧力変動が起らない。よって気化効率が向上した。さらに、鏡面仕上げした平滑シール面同士が平行を保って押圧され密着するので漏れ止めシール性能も良好となつた。以上によって気化効率が向上すると共に漏れ止めシール性能も良い液体原料気化器用弁を提供することができた。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の液体原料気化器用弁の一実施例を示す弁本体要部の断面図である。

【図2】 図1のZ-Z断面図である。

【図3】 本発明の他の実施例を示し、空圧シリンダアクチュエータを用いた気化器用弁の断面図である。

【図4】 本発明の更に他の実施例を示し、積層圧電アクチュエータを用いた気化器用弁の断面図である。

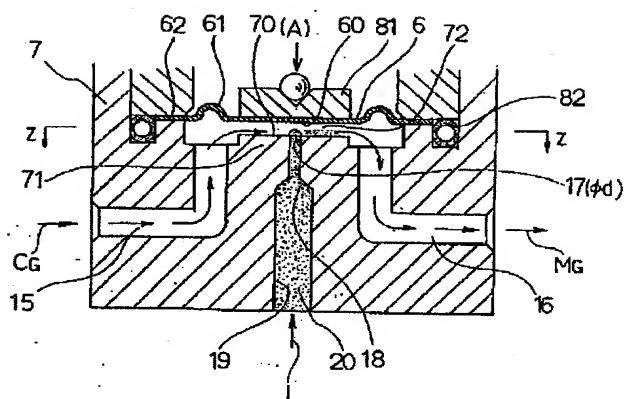
【図5】 従来の液体原料気化器の一例を示す断面図である。

10 【図6】 従来の液体原料気化器に用いられた開閉弁の断面図である。

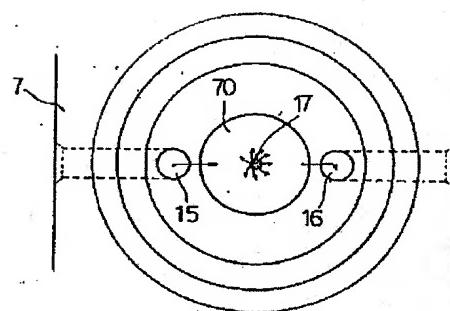
#### 【符号の説明】

1…流量センサ	2…バイパス流路
3…バイパス開閉弁	4， 40…流量制御弁
5…開閉弁	6， 64…金属ダイヤフラム
7…弁本体	8…空圧シリンダ
20 ダアクチュエータ	15…キャリアガス流入口
9…積層圧電アクチュエータ	17， 74…液体原料露出口
16…混合ガス流出口	19， 75…液溜り孔
20…液体原料口	41， 91…積層圧電素子体
60…ダイヤフラムの平滑シール面	61…弾性変形部
30 62…周縁挿着部	70…弁座の平滑シール面
71…弁座部	72…気化制御室
73…弁座体	81…ダイヤフラム押え
82…密封部材	83…空圧導入・排出口
84…シリンダ室	85， 95…スプリング
86…ピストン	87…ステム
40 88…アクチュエータ取付台材	92…ブリッジ部材
93…調節ねじ部材	94…固定部材
96…外筒部材	97…弁棒
98…軸受部材	99…ふた部材

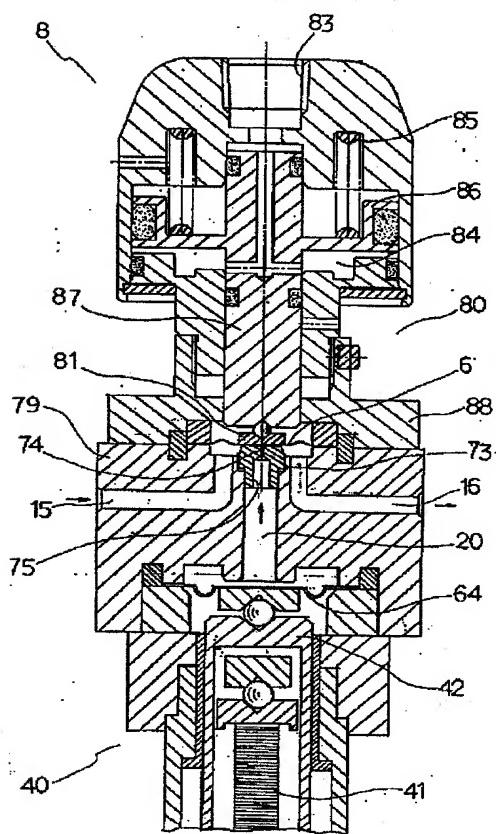
【図1】



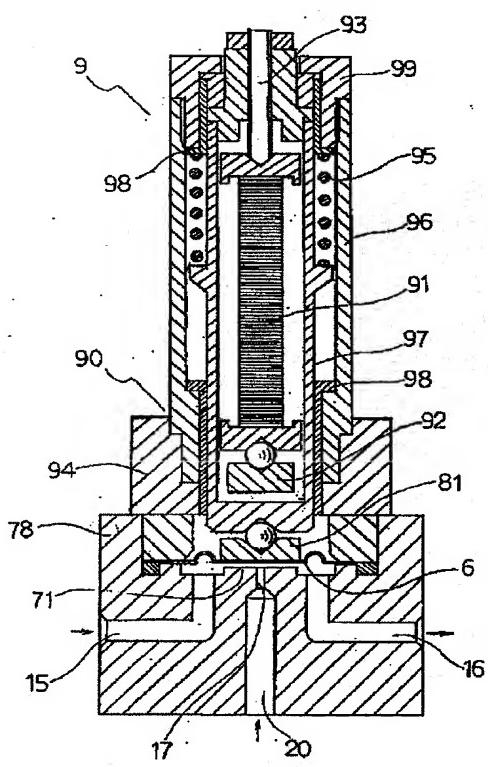
【図2】



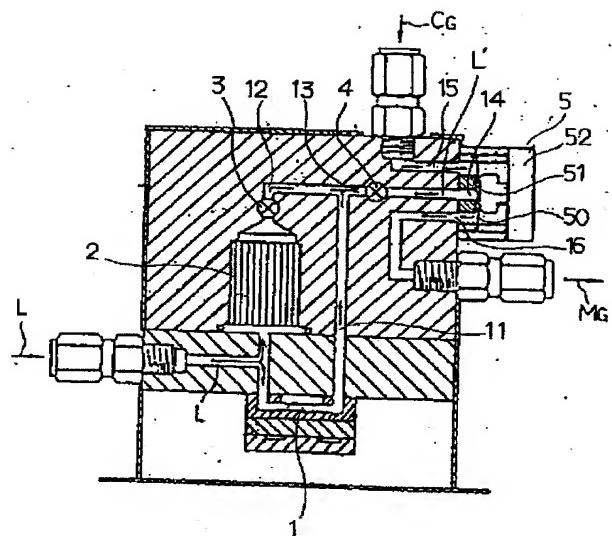
【図3】



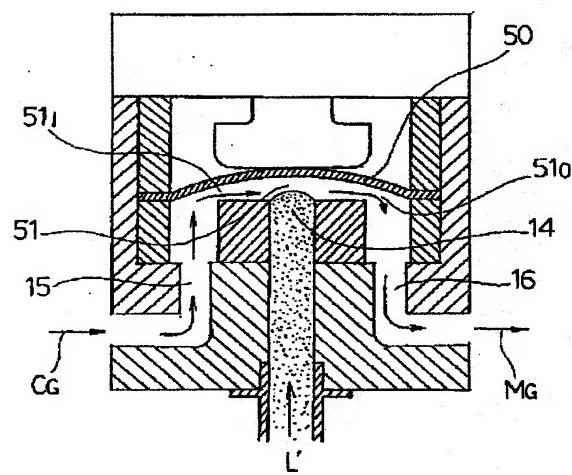
【図4】



【図5】



【図6】



フロントページの続き

(72)発明者 小野 弘文  
滋賀県野洲郡中主町乙窪588-1 株式会  
社リンテック内